ДХ
0 62

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ФОРМ НИКЕЛЯ В РУДАХ И ПРОДУКТАХ ОБОГАЩЕНИЯ И УТОЧНЕНИЕ МЕТОДА РАЦИОНАЛЬНОГО АНАЛИЗА НИКЕЛЯ

Отчет по теме № 42/50

Часть 1.

Норильск

1950

31marta.ru

ДХ 253406
О 62 Определение содержания различных форм никеля в рудах и продуктах. обогащения и уточнение метода рационального анализа никеля .Отчет.
22.01.02. Рз

253406

94-х
2086

00

МВД СССР
НОРИЛЬСКИЙ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЙ КОМБИНАТ
ЦЕНТРАЛЬНАЯ ЛАБОРАТОРИЯ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ СЕКТОР

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ФОРМ НИКЕЛЯ В РУДАХ И ПРОДУКТАХ ОБОГАЩЕНИЯ И УТОЧНЕНИЕ МЕТОДА РАЦИОНАЛЬНОГО АНАЛИЗА НИКЕЛЯ.

253406

О Т Ч Е Т /часть 1/

Тема 42/50

1 9 5 0г.

Начальник центральной лаборатории /МЫШАЛОВ Б.Г./

Руководитель темы /ПОЛЯКИН Ю.Л./

Исполнитель темы /ПАВЛОВА К.Н./

alnarta.ru

Норильский комбинат
ТЕХБИБЛИОТЕКА

ПРОТОКОЛ № 2

технического совещания от 23 февраля 1951 года

Присутствовали: (от геологического отдела) Сапукова, Урванцев, Моор, (от проектного отдела) - Гусаковский, (от ЗОФа и НИОЛ'а - Никонова, Клевцов, Силаева, Ершова), (от ОМЦ) Котов, Янер; (от ЦЛК) - Савичева, Граменицкий, Федорова, Бур, Толмачева, Гринев, Гинзбург, Лившиц, Венер).

Повестка дня: Доклад Полякина на тему: "Об определении сульфидных, силикатных и кислородных соединений никеля в рудах и продуктах их обогащения". (Тезисы доклада).

Хвосты флотации местных руд содержат значительное количество никеля. Из некоторых руд, содержащих значительный процент никеля /десятые доли/, не удается добиться извлечения никеля выше 5-10%.

Об'яснить такое явление можно тремя путями:

1. Руды содержат мелкодисперсный сульфидный никель диаметром частиц 0,005-0,008 мм, вкрапленный в силикатную породу.

2. Сульфидные минералы окислены с поверхности.

3. Руды содержат нефлотирующиеся силикаты никеля или другие окисленные минералы.

Собственно силикатных минералов никеля в нашем месторождении нет. По наличию силикатной его формы следует предполагать в виде никеля изоморфно замещающего магний в оливине, серпентине и других силикатах, содержащих магний (радиусы ионов магния и никеля одинаковы и равны 0,78А).

Все предложенные методы рационального анализа никеля основаны на действии селективных растворителей и не дают четкого разделения форм №1.

Нами разработаны два различных метода анализа: 1. Метод окисления-восстановления, основанный на раздельном переводе различных форм никеля в активный металлический никель, легко растворяющийся в растворе иода.

2. Разделение тяжелой жидкостью с обработкой фракций селективным растворителем. Эти два совершенно различных метода дали хорошо совпадающие результаты, вполне согласующиеся с результатами флотации.

Оказалось, что кислородных соединений в наших рудах немного, но весьма значительная часть определяемого аналитиками в рудах никеля представляет собой его силикатную форму. Поэтому определением общего никеля ограничиваться нельзя. Только 20-40% никеля, содержащегося в хвостах флотации, представляют собой сульфидный никель, остальная его часть - силикатная форма.

Ввиду того, что определение силикатного никеля дает

возможность точно предсказывать результаты, флотации, можно утверждать, что окисление руд с поверхности, а также наличие мелкодисперсного сульфидного никеля нельзя считать основной причиной плохого извлечения никеля флотацией. Оба эти фактора играют второстепенную роль.

ВОПРОСЫ И ОТВЕТЫ

Клевцов - Сколько времени занимает анализ?
- Мы не ставили себе задачу дать дисперсный метод анализа. Но все формы никеля можно определить в течение одной смены /8 часов/.

Клевцов - Каким из двух предложенных методов определения анализа можно провести быстрее?
-Более удобным и быстрым является метод окисления-восстановления.

Клевцов - Можно ли практически внедрить на фабрике этот метод?
- Для анализа руд и хвостов безусловно можно.

Пешукова - Какой процент сульфидного никеля теряется при обогащении?
- Сульфидный никель составляет 25-40% от общего содержания никеля в хвостах. Остальное - силикатный никель.

Пешукова - Что даст обогатителям знание содержания силикатного никеля в руде?

Клевцов - Нам нужно знать сколько окисленного.
Полякин - Знание содержания закиси никеля ничего не даст, так как % может быть небольшой, но флотироваться никель будет плохо потому, что сульфиды могут быть окислены с поверхности, а при флотации важна именно поверхность. Знание содержания силикатного и сульфидного никеля имеет большое значение.

Чем больше сульфидного никеля потеряла смена, тем хуже она работала. Вести контроль флотации по "общему" никелю, как это делается теперь, нельзя, т.к. за потерю силикатного никеля обогатители отвечать не могут.

Ефимова - Какова воспроизводимость результатов анализа.
- Воспроизводимость хорошая. Допустимое расхождение не выше 15% (одно относительных).

Ефимова - Каким методом определялся никель весовым или фотоколориметрическим?

- Фотоколориметрическим методом.
Урванцев - Почему Вы изготовляли синтетические силикаты никеля, а не воспользовались оливинитами, в которых никель находится в изоморфной смеси?

- Геологический отдел не смог предоставить нам мономинеральные фракции. Мы воспользовались Уфалейским гарниститом любезно предоставленным нам т. Пешуковой из коллек-

ции горно-металлургического техникума, синтетическими силикатами, а также хвостами и местными рудами.

Урванцев - Со всяким ли магнием связан силикатный никель? Магний находится в оливине и пироксене, в последнем он не должен замещаться никелем. Ваши цифры говорят о том, что метод ненадежен, т.к. Вы находите силикатный никель там, где почти нет оливина.

- Цифры получаются разнообразные, но все же обычно силикатным никелям богаче пробы пикритового габбро-диабаза, рудного элювия и нансово (дресва). Сульфидным никелем богаче пробы лабрадорового порфирита, такситового и контактного габбро-диабаза. Как правило, богатые пробы (0,3%) состоят в основном из сульфидного никеля, что тогда как бедные пробы (0,2%) содержат значительный % силикатного никеля. Это еще раз подтверждает точку врения изоморфного замещения магния никелем (много такого никеля в пробе руды быть не может).

Никонова - Сколько сульфидного и силикатного никеля в фабричных хвостах?

- В хвостах бывает от 25 до 40% сульфидного никеля, например, 0,03% сульфидного и 0,08% силикатного.

ГУСАКОВСКИЙ - Был ли у Вас контакт с НИОЛ'ом в процессе работы.

- НИОЛ (т. Дауцев) предоставлял нам пробы руды хорошо флотирующихся, плохо флотирующихся и руд среднего качества. Найденный нами % сульфидного никеля от общего его содержания хорошо совпадал с % извлечения никеля. Держали контакт также с Александровичем, который утверждал, что сравнение результатов флотации с результатами анализа, по Белоглазову также подтверждают что причины плохой флотации - наличие силикатного никеля. Однако, НИОЛ не проявил интереса и к этой работе и получать пробы приходилось с большим трудом.

ГУСАКОВСКИЙ - Сколько проделано анализов?

- Больше сотни.

САВИЧЕВА - Определение форм никеля производилось из одной навески или из нескольких?

- Из одной навески последовательно определяются кислородные, сульфидные и силикатные соединения. Из другой навески для проверки определяется "общий" никель.

ГУСАКОВСКИЙ - Какие брались навески?

- Навески 0,5 гр. переводились в мерную колбу и отбирались необходимые аликвотные части.

Выступления. ШЕПУКОВА - В Геологическом управлении также занимались вопросом силикатного никеля. По микроскопическим данным мы искали причину потерь при флотации. Точка врения изоморфного замещения магния никелем существует давно. Мы изучали под микроскопом такситовые,

Amara.ru

контактные и пикритовые габбро-диабазы. Оказалось, что силикатного никеля, как такового, нет. Но в оливине не свежем, кем, содержащем серпентин, содержится большое количество вкрапленного сульфидного никеля. При увеличении в 400 раз видны вкрапленные сульфиды.

Это дало нам повод полагать, что в пикритах богатых оливином потери связаны с мелкодисперсным сульфидным никелем. Проф. Белогласов дал положительную оценку этому методу работы.

Вопрос о причине потерь при флотации очень важен. Теоретически сульфидная форма никеля извлекаема надо только мельче измельчать руду. Силикатный никель извлечь невозможно.

Следовало бы (Белогласов) ~~рекомендовал~~ анализировать монофракции. Вам надо было бы анализировать серпентиновую руду, свежий оливин, чистый серпентин и пироксен.

В контактных габбро-диабазах 54% силикатного никеля не может быть. Надо продолжить работу в этом направлении и получать, пробы от Геологического управления с одной стороны и от НИОЛ'а, с другой.

УРВАНЦЕВ - Хочу отметить чрезвычайную важность работы. Только химическим методом мы сможем решить вопрос. Нужно отметить, что мелкодисперсный сульфидный никель мы имеем не в самом оливине, а в свежезамещенном серпентине.

Работа поможет нам в дальнейшем установить характер породы. Продолжение этой работы необходимо в контакте с геологами и обогатителями. Надо окончательно установить надежность Вашего метода. Слушают некоторые цифры. Может быть силикаты полностью не разрушились.

ГРАМБНИЦКИЙ - В оливинах имеется железо и никель, причем никель занимает минимальную долю. В олифе белые капли может быть и не сульфид никеля, а сульфид железа, т.к. сульфид никеля и сульфид железа под микроскопом очень трудно различить.

Чтобы оценивать процесс обогащения более правильно нужно научиться заранее предсказывать процесс обогащения. Не чувствуется контакта между геологами, обогатителями и химиками.

УРВАНЦЕВ - Никель с железом в смеси только тогда образуется, когда происходит распад твердого раствора. Когда же мы имеем разрушение молекул, то железо выделяется в виде магнетита, а никель в виде сульфидного.

КОТОВ - Вазовый анализ должен интересовать и металлургов. В последнее время мы теряем до 1,5% никеля с шлаками. Если в концентрат попадает силикатный никель, то при 4,5% серы в агломерате, сера не обеспечит тех количеств

цветных металлов, которые должны выпасть в штейн."Необходим контакт между геологами, обогатителями, химиками и металлургами для выяснения этого важного вопроса.

НИКОНОВА - Сомнение вызывает наличие силикатного никеля в концентрате. Из отвальных хвостов мы можем доизвлечь от 4 до 6% никеля. Мы не знаем крупность минеральных зерен в хвостах.

Если это мелкодисперсная вкрапленность, то мы не сможем доизвлечь ее также как и силикатный никель. Эта сторона для нас остается неизвестной, т.к. петрографы не дают нам никаких количественных данных.

Знание количества силикатного никеля даст нам некоторую ясность. Мы сможем сказать какое извлечение мы сможем дать.

Но в работе нет увязки с петрографической лабратори-ей. Геологи пока не могут дать оценки работе,и мы не можем пользоваться методом.

ГУСАКОВСКИЙ - Я не знаю в каком плане этот доклад преподносится. Окончена ли работа или это предварительное сообщение. Если доклад ставится во втором плане, то непонятен состав аудитории. Помогите нам разобраться, что хорошо извлекается, что хуже и что плохо.

Этот вопрос чрезвычайно важен для комбината. Надо было обязательно наладить контакт с геологами, обогатителями, петрографами.

Очень быстро был он отброшен метод Белоглазова. Возможно Ваш метод быстрее, но следует провести дополнительные анализы методом Белоглазова.

Найден оригинальный метод, но нужно его продолжить и дать переварить его обогатителям, геологам, петрографам и вероятно опытно-металлургическому цеху. Работу нужно продолжить, потом сделать окончательные выводы.

ПОЛЯКИН - Метод Белоглазова нами проверялся. Дело не в том, что наш метод быстрее. Метод Белоглазова дает завышенные результаты по силикатному никелю за счет сульфидного. Поэтому анализ концентратов этим методом вообще невозможен.

Возможно, что это относится и к нашему методу, но в значительно меньшей степени. У т. Никоновой вызвало сомнение наличие 0,2% никеля в никелевом концентрате, но это вполне возможно, т.к. он содержит около 10% магния и 30% двуокиси кремния.

По методу Белоглазова мы получили гораздо больше "силикатного" никеля /0,6%/.

Мы считаем, что мы свою работу закончили: метод разработан и для анализов руд и хвостов достаточно точен. Анализы руд дают возможность точно предсказывать результаты флотации. Теперь должны взяться за работу петрографы и

выделить мономинеральные фракции, которые нам остается только проанализировать. Но петрографы считают это очень сложным делом и за это не берутся.

Таким образом, никакого контакта, о котором здесь все говорили не получается.

Что касается анализа концентратов, то это не мешает еще проверить.

В плане этого года у нас нет больше этой темы. В этом году мы будем заниматься фазовым анализом шлаков, что еще значительно труднее.

МЫЛАЛОВ - Организуя доклад мы считали тему законченной. Выступления показали, что имеется неувязка с геологами и петрографами и в этом смысле - работа незакончена.

Это следует учесть в дальнейшем.

Решение технического совещания

Учитывая особую важность темы для комбината, просить научный отдел комбината созвать совещание всех заинтересованных лиц: (химиков, геологов, обогатителей, металлургов и проектантов) для увязки этой работы и продолжить эту тему для окончательного решения вопроса.

Предс. техник. совещания

Нач. центр. лаборатории

Нач. исслед. сектора

94-х
2086

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ЧАСТЬ 1. УТОЧНЕНИЕ МЕТОДА РАЦИОНАЛЬНОГО АНАЛИЗА НИКЕЛЯ

1. Состояние вопроса на 1/1-1950 г.
2. Выбор условий растворения восстановленного никеля
3. Изучение селективного восстановления.
4. Механизм окисления сульфидов никеля.
5. Выбор режима окисления сульфидов.
6. Уточнение времени вторичного обжига.
7. Уточнение необходимого количества обработок пробы.
8. В ы в о д ы.
9. Л и т е р а т у р а.
10. Методика определения различных форм никеля в рудах и продуктах обогащения.

31marta.ru

94-х
2086

Ч А С Т Ь 1.

УТОЧНЕНИЕ МЕТОДА РАЦИОНАЛЬНОГО АНАЛИЗА НИКЕЛЯ

1. Состояние вопроса на 1/1-1950г.

Настоящая работа является продолжением темы № 214 1949 года. Ранее нами было установлено /1/, что методы, разработанные в Ленинградском Горном институте и в Московском институте цветных металлов и золота, основанные на действии селективных растворителей, для анализа местных руд непригодны.

Испытанные нами различные селективные растворители так же не дали желаемых результатов /2/

Лучшие результаты дал комбинированный метод разделения тяжелой жидкостью и селективным растворителем /3/

В качестве тяжелой жидкости применялся тетрабром этан.

Сульфидный никель определялся по количеству никеля в тяжелой фракции + пергидрольный экстракт легкой фракции. Силикатный никель по количеству никеля в остатке легкой фракции.

Метод этот представляет собой не только комбинацию химического метода с механическим разделением, но и комбинацию гравитационного метода с флотацией. Сульфидный никель с одной стороны вдвое тяжелее силикатного и с другой стороны хорошо смачивается тетрадромэтаном тогда как силикатный никель не смачивается. Перекисью водорода приходится окислять только сравнительно легко окисляющиеся мельчайшие частицы сульфидов никеля, которые несмотря на смачиваемость и большой удельный вес все же остались в верхней фракции.

31marta.ru

94-х
2086

Недостаток метода - возможность попадания окислов никеля в обе фракции вследствие большого удельного веса и несмачиваемости тетрабромэтаном.

Обнадеживающие результаты дал метод гидрирования с последующей обработкой раствором иода. Иод количественно переводил активный металлический никель в раствор, совсем не растворял силикатный никель и весьма незначительно затрачивал сульфидный.

Намечалась следующая схема проведения анализа: проба обрабатывается горячей водой для извлечения сульфата никеля. Кислородные соединения никеля восстанавливаются водородом и образовавшийся активный металлический никель извлекается раствором иода.

Сульфид никеля окисляется, восстанавливается водородом и извлекается иодом. Оставшийся в остатке силикатный никель растворяется в кислотах.

В полученных растворах никель определяется фотоколориметрически.

Необходимо было, во-первых, найти такие условия обработки растворителем, при которых в раствор переходил бы только свежевосстановленный активный металлический никель. Этот путь представлялся нам значительно более перспективным, чем растворение различных природных форм никеля разными селективными растворителями, не затрагивающими других его форм. Во-вторых, следовало установить режим селективного гидрирования.

31marta.ru

94-х
2086

При этом надо было добиться восстановления закиси никеля, не затрачивая других его форм. В-третьих, надо было добиться количественного окисления сульфидного никеля для перевеления его в такую форму, которую затем гидрированием с последующим извлечением иодом можно было бы количественно перевести в раствор.

Несмотря на большое количество работ по фазовому анализу никеля, такая схема, как нам известно, никем не испытывалась.

В качестве контрольного метода мы решили воспользоваться комбинированным методом разделения тетрабромэтаном и перекисью водорода.

2. Выбор условий растворения восстановленного никеля.

В 1949 году мы обрабатывали пробу в децинормальном растворе иода при кипячении. При этом 5-7% сульфидного никеля переходило в раствор, что особенно нежелательно при многократной обработке пробы раствором иода. Нам необходимо было подобрать такие условия, при которых все формы никеля, за исключением активного металлического никеля не растворялись бы.

С этой целью сначала изучалось влияние различных концентраций раствора иода, затем исследовалось влияние условий растворения в растворе иода: температура и время реакции.

Для опытов в качестве сульфидного никеля мы применяли концентрат флотации большой обогатительной фабрики, в качестве

31marta.ru

силикатного никеля, искусственный силикат, полученный нами осаждением азотнокислой соли никеля жидким стеклом.

Состав силиката соответствовал формуле

$$NiH_2Si_3O_8 \cdot 7H_2O \qquad /4/$$

В качестве закиси никеля - закись, полученная прокаливанием карбоната никеля при температуре не выше 450°.

Как известно, искусственные и природные минералы одного и того же состава по разному относятся к реактивам.

Больше того одни и те же природные минералы различных месторождений для переведения в раствор иногда требуют разных растворителей.

Пользуясь искусственным силикатным никелем и закисью никеля, полученной прокаливанием карбоната при низкой температуре, мы работали в наиболее жестких условиях.

Если бы нам удалось полностью извлечь активный металлический никель, совершенно не затрачивая наших искусственных минералов, то природные минералы будучи более устойчивыми, в этих условиях остались бы незатронутыми.

В нашем распоряжении было также небольшое количество гарниерита Уфалейского месторождения из коллекции Норильского Горно-металлургического техникума. Но мы его оставили для проведения окончательных решающих опытов по восстановлению и извлечению иодом.

Результаты проведенных опытов представлены в таблице № 1.

31marta.ru

таблица № 1

Действие раствора иода на различные формы никеля.

№ пп	Название продукта	Содержание никеля.	Растворилось при обработке 50мл.р-ра иода.					
			0,01		0,02		0,1	
			при кипячении	На холоду стояло ночь.	при кипячении	На холоду стояло фильтр. ночь		сразу
1.	Смесь закиси никеля с двуокисью кремния	1,4	0/043	0,047	0	0,082	0,031	Следы
2.	Искусственный силикат.	17,4	следы	следы	-	следы	0,11	следы
3.	Концентрат БОФ	3,4	0,15	0,10	-	0,16	0,10	0,09
4.	Смесь концентрата с SiO_2	0,6	-	0,012	следы	-	-	следы
5.	Смесь $NiO+SiO_2$ восстановленная водородом при 400°	2,0	-	-	1,8	-	-	2,0

Можно видеть, что наиболее благоприятными условиями растворения является обработка 50 миллилитрами 0,1 N раствора иода при комнатной температуре. При этом количественное растворение активного металлического никеля, полученного восстановлением закиси, происходит очень быстро и нет необходимости оставлять пробу для реакции с иодом. Оставление восстановленной пробы с иодом даже вредно т.к. при этом могут раствориться заметные количества других форм никеля.

31marta.ru

3. Изучение селективного восстановления

По данным Богацкого /5/ восстановление силикатно-окисленных минералов никеля протекает в прочих равных условиях значительно медленее закиси никеля. При температуре 600° в течение одного часа степень восстановления достигает для Уфалейского нонтронита-гарниерита - 51,4%

для Аккермановского никелевого керолита - 30,5%

для Аккермановского никелевого девойлита - 41,7%

для Айлырлинского "Айлырлита" - 24,0%

для Айлырлинского никелевого амолюсиликата - 39,8%

Тот же Богацкий /6/ показал, что уже при температуре 250° через час степень восстановления закиси никеля достигает 91%

Такая разница в скорости восстановления закиси никеля и силикатов давала надежду на селективное гидрирование закиси.

Возможность количественного перевода в раствор закиси никеля путем восстановления ее при температуре 400° и извлечения иодом показана нами еще в прошлом году /7/, а также в таблице № 1 /опыт 5/

Необходимо было прежде всего проверить поведение силикатного никеля в этих условиях.

Для проведения опыта в наиболее жестких условиях мы воспользовались прежде всего имеющимся у нас наименее устойчивым искусственным силикатным никелем.

Температуру восстановления в первых опытах мы приняли

31marta.ru

450°. Такая температура была принята исходя из следующих соображений.

Для быстрого и полного извлечения закиси никеля иодом следует не только полностью восстановить ее, но и получить наиболее активный металлический никель.

Многолетний опыт работы с никелевыми катализаторами синтеза бензина из окиси углерода и водорода показал, что наиболее активный катализатор получается при восстановлении его, при температуре 450°/8/ При более высокой и более низкой температуре катализатор получается менее активный.

Об"ясняется это тем, что для образования активной структуры, необходимо возможно более быстрое восстановление и следовательно максимальная температура, так как быстрая кристаллизация обеспечивает повышение степени дисперсности т.е. уменьшение размеров кристалликов /9/. Однако при температуре выше 450° начинается рекристаллизация активного никеля с уменьшением поверхности.

Навески искусственного силиката по 0,5 гр помещались в фарфоровые лодочки. В печь Марса вставлялась тугоплавкая стеклянная трубка и температура повышалась до 450°. По достижении этой температуры через трубку пропускался углекислый газ в течение одной минуты. После чего в трубку вставлялась лодочка с пробой и при температуре 450° пропускался ток водорода. Затем при продолжении пропускания водорода один конец трубки открывался и лодочка железным крючком выдвигалась для охлаждения в ту часть трубки, которая находится вне печи. Затем трубка снова закрывалась. После охлаждения в атмосфере

31marta.ru

водорода трубка открывалась и при помощи пипетки в лодочку заливался раствор иода так, чтобы он полностью закрыл поверхность пробы. После этого лодочка вынималась, ток водорода прекращался и содержимое лодочки смывалось иодом из промывалки в колбочку, в которую предварительно было налито 50 мл 0,1 N раствора иода.

Смесь взбалтывалась и фильтровалась через бумажный фильтр в мерную колбу. Осадок промывался холодной водой и использовался для проведения повторных восстановлений и обработок раствором иода.

Никель, перешедший в раствор, определялся фотоколориметрически.

Переход никеля в раствор показан в таблице № 2.

Таблица № 2

Многократное восстановление искусственного силиката при 450° и извлечение продукта восстановления раствором иода

Содержание общего никеля.	Перешло в раствор при I обраб.	II обраб.	III обраб.	В остатке.	Всего
17,40	8,75	0,30	0,30	7,88	17,22

Можно видеть, что при первой обработке больше половины никеля искусственного силиката перешло в раствор. Последующие обработки дали уже сравнительно небольшое извлечение / по 2% от общего содержания никеля в силикате/. Очевидно не весь ни-

31marta.ru

никель нашего искусственного силиката одинаково связан с SiO_2

Так или иначе, но пришлось искать такие условия восстановления закиси никеля, при которых наш "силикатный" никель не затрагивался бы. Так как степень восстановления силиката никеля увеличивается с повышением температуры и по мере продолжительности процесса/5/, то мы попытались снизить температуру и время восстановления с целью уменьшения перехода силикатного никеля в раствор. Результаты показаны в таблице № 3

Таблица № 3

Результаты восстановления в течение 4 часов при температуре 250° и извлечения раствором иода.

№№ пп	Наименование продукта.	Навеска.	Содержание никеля.	Перешло в раствор
1.	Искусственный силикат никеля	0,5 гр.	17,4	0,63
2.	Смесь искусственного силиката с двуокисью кремния	0,5	2,3	0,10
3.	Смесь закиси никеля с двуокисью кремния	0,5	1,4	1,4

Не исключена возможность, что наш искусственный силикатный никель, осажденный из раствора соли никеля жидким стеклом содержит некоторое количество закиси никеля, не

31marta.ru

связанное с двуокисью кремния и этим об"ясняется переход около 4% его в раствор. Таким образом вероятно можно определять закись никеля в присутствии силикатного и сульфидного никеля.

Однако основной задачей является раздельное определение флотирующегося сульфидного никеля и флотирующегося "окисленного". Поэтому мы перешли к пробам сульфидного никеля в виде концентрата.

Навеска концентрата /0,5 гр/ окислялась воздухом при температуре 500° в течение 4 часов. Такую температуру мы приняли, основываясь на опытах прошлого года /7/. Затем восстанавливалась водородом в течение 4 часов при 250°С. Мы полагали, что продукт окисления легко восстановится до активного металлического никеля при 250°С.

Таблица № 4

Влияние температуры восстановления на извлечение никеля из окисленного концентрата флотации

№ опыта	Наименование продукта.	условия окисления	условия восста-новлен.	содерж. никеля.	перешло в раствор.
1.	Смесь концентрата БОФ с двуокисью кремния	=500° 4 часа	250° 4 часа	0,60	0,17
2.	Концентрат БОФ	-"-	-"-	3,4	0,45
3.	-"-	-"-	450° 4 часа	3,4	2,8

Оказалось, что только 13-28% никеля перешло при обработке раствором иода в раствор /таблица № 4/. Можно было думать, что сульфид не полностью окислился. Но восстановление пробы, таким же образом окисленной, при температуре 450° вместо 250° показало, что при этом извлекается 85% вместо 15% /таблица № 4 опыт 3/. Вероятно снижение температуры гидрирования сильно уменьшает степень восстановления продуктов окисления сульфидного никеля.

Для выяснения влияния температуры восстановления были проделаны специальные опыты, приведенные в таблице № 5

Таблица № 5

Восстановление окисленной смеси концентрата с SiO_2 при разных температурах.

Температура восстановл.	250°	300°	350°	400°	450°	500°
% никеля, перешедший в раствор	следы.	0,019	0,043	0,047	0,060	0,047

Можно видеть, что оптимальной температурой является 450°С. Но даже при оптимальных условиях никель из окисленного и восстановленного концентрата полностью не извлекается. Обработку надо будет очевидно проводить повторно до полного извлечения. Ясно также, что для уменьшения перехода силикат-

3dmarta.ru

ного никеля в раствор снижать температуру восстановления ниже 450° нецелесообразно, так как извлечение сульфидного никеля при этом сильно уменьшается.

Поэтому был испытан другой путь: сокращение времени восстановления при 450°.

Для этого прежде всего испытывалось влияние времени восстановления на извлечение никеля из окисленного и восстановленного концентрата раствором иода. Результаты опытов сведены в таблицу № 6.

Таблица № 6

Влияние времени восстановления обожженной смеси концентрата с SiO_2 на извлечение никеля.

Время восстановления	5 мин.	10 мин.	15 мин.	30 мин.	1 час
% никеля, перешедший в раствор	0,066	0,062	0,066	0,059	0,057

Из таблицы № 6 видно, что 5 минут вполне достаточно для проведения восстановления. Увеличение времени восстановления не улучшает извлечения никеля.

Итак для восстановления мы приняли температуру 450° и время - 5 минут.

Оставалось проверить поведение разных форм никеля при этих условиях.

31marta.ru

Для опытов были взяты: смесь закиси никеля с двуокисью кремния, искусственный силикат и Уфалейский гарнифит, технологические и отвальные хвосты и концентрат флотации большой обогатительной фабрики. Результаты восстановления и обработки раствором всех этих продуктов представлены в таблице № 7

Таблица № 7

Результаты извлечения иодом различных продуктов, восстановленных при 450° водородом в течение 5 минут

№№ пп	Наименование продукта.	содержание никеля.	перешло в раствор.
1.	Смесь искусственного силиката с двуокисью кремния	1,5%	0,2%
2.	Уфалейский гарнифит	0,12	0
3.	Технологические хвосты ЦОФ № 3615	-	следы
4.	Отвальные хвосты ЦОФ № 696	-	следы
5.	Смесь закиси никеля с двуокисью кремния..	1,8	1,8
6.	Окисленный концентрат ЦОФ	2,3	1,8

Можно видеть, что искусственный силикат в этих условиях разложился незначительно, а природный силикат Уфалейского месторождения и хвостов обогащения Норильских руд совсем не разложился. Закись никеля извлекалась полностью, а никель окисленного и восстановленного концентрата ЦОФ - на 80%. Можно было надеяться, что повторным окислением, восстановлением и обработкой иодом можно извлечь остальной сульфидный никель из концентрата.

31marta.ru

Оставалось найти оптимальный режим окисления сульфидов.

4. Механизм окисления сульфидов никеля

При нагревании без доступа воздуха сульфиды диссоциируют с выделением серы.

Пентландит разлагается по уравнению:

$$6(Ni,Fe)S_2 \rightarrow 2Ni_3S_2 + 6FeS + 2S$$

Пирротин:

$$Fe_7S_8 \rightarrow 7FeS + S$$

Вследствие высокой плотности пентландита и малой пористости диссоциированных минералов окисление сульфидов протекает медленно и требует высокой температуры /10/

Заметное окисление Ni_3S_2 происходит при 450° по реакции

$$Ni_3S_2 + 3,5O_2 = 3NiO + 2SO_2$$

При низких температурах обжига помимо закиси возможно также образование сульфата никеля и окислов с более высоким, чем NiO, содержанием кислорода по следующим реакциям:

$$NiO + SO_2 + 1/2O_2 = NiSO_4$$

$$Ni_3S_2 + 5O_2 = 3NiO_2 + 2SO_2$$

Сульфат никеля заметно диссоциирует при 690°. При температуре 885° упругость диссоциации сернокислого никеля равна 1 атмосфере.

Таким образом продукт, обожженный при температуре выше 900°, должен состоять в основном из кислородных соединений никеля. Поскольку высшие окислы никеля разлагаются при высо-

31marta.ru

ких температурах с получением устойчивого соединения обожженный продукт, в зависимости от конечной температуры, состоит из закиси NiO или двуокиси NiO_2 никеля. При температуре 1100° получается чистая закись никеля.

Механизм процесса обжига представляется следующим образом. При повышении температуры до 450° сульфид никеля в присутствии кислорода воздуха переходит в сернокислое соединение. Реакция сульфатообразования протекает весьма активно при температуре 600°. При температуре 700-800° сульфаты и высшие окислы никеля диссоциируют с образованием закиси никеля.

Особенностью обжига тонкоизмельченных сульфидов никеля является способность их к спеканию, начиная с 480-500°. Чем выше содержание серы, тем активнее происходит спекание. По мере удаления серы в процессе обжига способность зерен к спеканию уменьшается. Чем больше закиси образуется, тем более тугоплавким делается обжигаемый продукт.

5. Выбор режима окисления сульфидов

Из описанного выше механизма окисления можно сделать ряд практических выводов:

1. Окисление должно производиться при температуре не ниже 700-800°, так как при более низких температурах будет образовываться сульфат никеля. Последний хотя и будет растворяться в воде, но вероятно может препятствовать восстановлению закиси никеля водородом. Центростремительная реакция восстановления чистой закиси никеля легко протека-

31marta.ru

ет от периферии к центру.

2. Окисление должно вестись таким образом, чтобы постепенное повышение температуры соответствовало скорости удаления серы из обжигаемого продукта во избежание спекания. Спекание может оказывать сильное влияние на полноту извлечения никеля при работе с рудами, содержащими большое количество различных сульфидов.

При работе с концентратом, сильно разбавленным чистой двуокисью кремния /1:19/, опасность спекания уменьшается, так как частички сульфидного никеля раз"единены между собой частицами двуокиси кремния.

Такую смесь мы и применили для экспериментального нахождения оптимальной температуры окисления. Навески смеси по 0,5 гр. помещались в лодочку, которая вставлялась в печь Марша. Окисление проводилось в токе кислорода пятнадцать минут при различных температурах. Затем проба восстанавливалась водородом и обрабатывалась раствором иода. Результаты опытов показаны в таблице № 8

Таблица № 8

Извлечение никеля из смеси концентрата с SiO_2, содержащей 0,13% Ni, после окисления при разных темп. и восстан. при 450° 5 мин.

Температура окисления.	600°	700°	800°	900°	1000°
Перешло никеля в раствор.....	0,025	0,047	0,050	0,067	0,022

31marta.ru

Очевидно оптимальная температура окисления равна 900°С. Это вполне согласуется с выводами, сделанными из разбора механизма обжига. Чтобы извлечь весь сульфидный никель из смеси концентрата с двуокисью кремния проводились опыты многократного обжига, восстановления и извлечения. Результаты опытов приведены в таблице № 9

Таблица № 9

Многократная обработка смеси концентрата с SiO_2

	Перешло в раствор при				Найдено в остат ке.	Всего
	1 обраб.	2 обраб.	3 об.	4 обр.		
Перешло никеля в раствор	0,097	0,015	0	0	0,02	0,132

Никель остатка от первой обработки может представлять собой:

а/ неактивный металлический никель, не растворившийся при действии иода,

б/ сульфидный никель, который не окислился,

в/ окислы никеля, которые не восстановились,

г/ силикатный никель, который содержался в концентрате

д/ силикат никеля, который образовался при обжиге из $NiO + SiO_2$.

После повторного окисления, восстановления и растворения первые три формы никеля /а,б,в/ должны в основном перейти в раствор.

Известно, что при сильном прокаливании закиси никеля, последняя переходит в такую форму, которая затем не растворяется в кислотах /11/. Следовало проверить не получается ли в наших условиях такой формы закиси никеля, которая потом не извлекается даже после проведения процесса восстановления. Хотя образования силикатного никеля из закиси никеля и двуокиси кремния при обжиге допустить трудно, тем не менее следовало проверить и эту возможность.

Для проверки закись никеля прокаливалась при температуре 1000°, а затем смешивалась с двуокисью кремния. Смесь восстанавливалась водородом в течение 5 минут при 450°С и извлекалась раствором иода.

Другая проба закиси никеля сначала смешивалась с двуокисью кремния, затем прокаливалась при температуре 900°, восстанавливалась и обрабатывалась раствором иода.

Результаты определения количества никеля, перешедшего в раствор, приведены в таблице № 10.

Таблица № 10

Наименование продукта.	Перешло в р-р после восстан.	В остатке.
1. Смесь закиси никеля с двуокисью кремния, обожженная при температуре = 900°С	1,8	0,12
2. Закись никеля обожженная при 1000°С, смешанная затем с SiO_2	1,86	0,10

Можно видеть, что 95% никеля при одной обработке перешло в раствор. Очевидно ни силикатного никеля/ /, ни нераст-

воримой формы закиси никеля / b / при обжиге пробы не образуется.

Можно думать, что никелевый концентрат ЛОФ содержит некоторое количество силикатного никеля. Вопрос этот будет разобран во второй части работы. Возможно также, что некоторое количество никеля осталось в остатке из-за спекания пробы при быстром окислении.

При рассмотрении механизма обжига сульфидов мы пришли к выводу, что температуру следует повышать постепенно для предотвращения спекания.

Для проверки правильности такого заключения мы провели ряд опытов постепенного и быстрого окисления. Для опытов была взята руда большой обогатительной фабрики, с содержанием общего никеля 0,34% /проба № 2864/

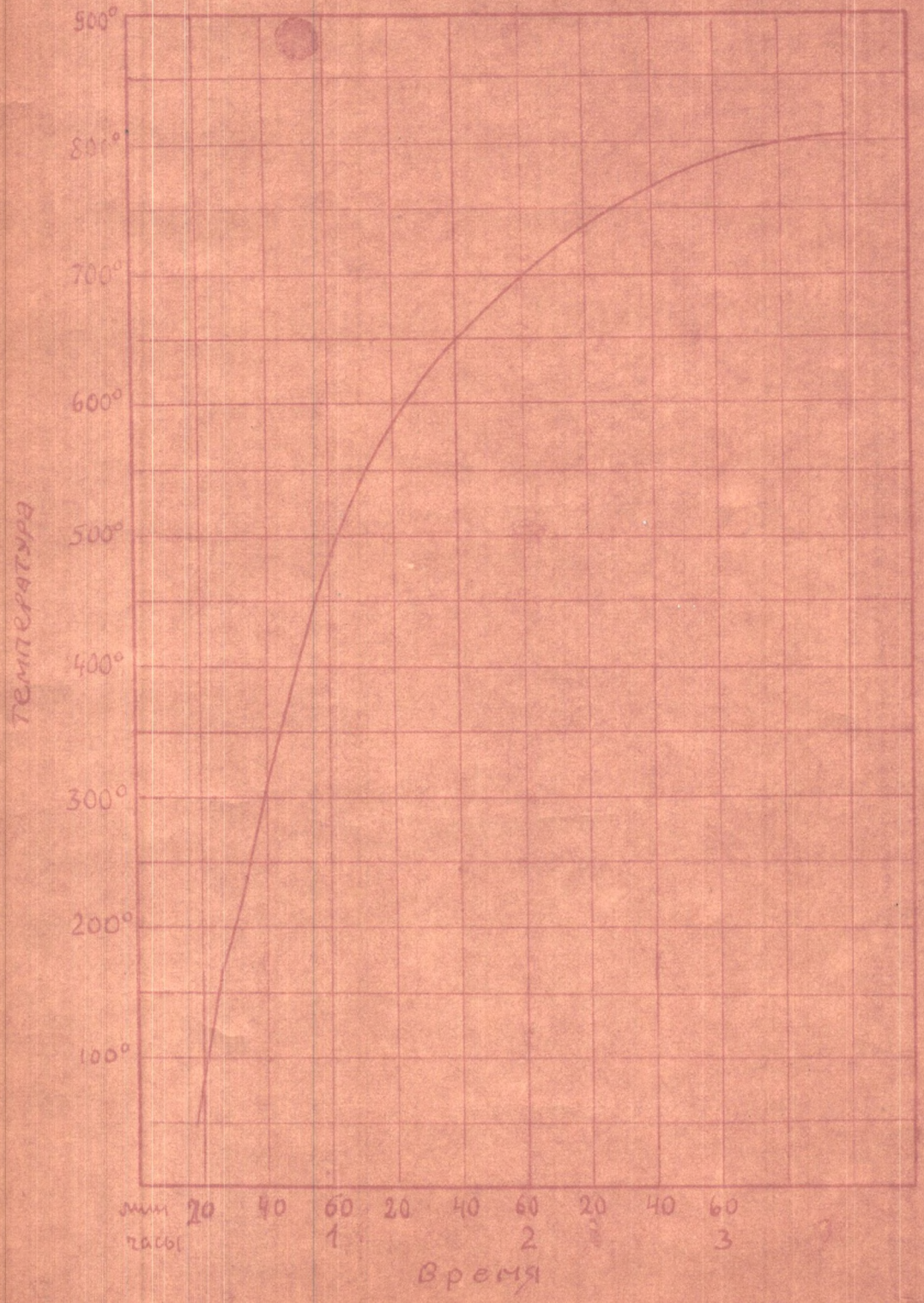
Результаты опытов можно видеть в таблице №11/

Таблица № 11

Результаты быстрого и постепенного обжига сульфидов.

№№ опыта.	Условия обжига.	% % перешедший в раствор.
1.	Обжиг на воздухе при температуре 900°С в течение 15 минут	0,038
2.	Обжиг в токе кислорода при 900°С - 15 мин. ...	0,07
3.	Обжиг при повышении темп. от 400° до 700°	0,114
4.	Обжиг при повышении темп. от 400° до 900°	0,11
5.	Окисление при повышении температуры от комнатной до 800° в течение 3 часов /режим обжига см. график/	0,146

Повышение температуры при обжиге пробы



31marta.ru

Очевидно оптимальным режимом окисления сульфидов является обжиг пробы в муфеле с постепенным повышением температуры в течение 3 часов. При этом сера постепенно выгорает и спекания не происходит.

Температурный режим обжига показан на графике № 1.

6. Уточнение времени вторичного обжига

Первое окисление пробы, содержащей большое количество сульфидов, приходится вести при постепенном повышении температуры для постепенного выгорания серы, чтобы предотвратить спекание. Вторичное окисление оставшихся почему-либо сульфидов можно вероятно провести быстро.

Для проверки этого предположения испытывалось различное время вторичного окисления. В качестве пробы был взят концентрат, содержащий большое количество сульфидного никеля /концентрат НИОЛ № 65/. Пробы помещались в муфель и окислялись при постепенном под"еме температуры в течение 3 часов. После чего охлаждались и переводились в лодочку, которые восстанавливались в печи Марса водородом. Затем активный никель извлекался раствором иода, а остатки с фильтрами помещались в тигли, которые ставились в муфель при температуре 800° и вынимались из печи через 5,10,20 мин. и 1 час, вновь восстанавливались и обрабатывались иодом.

Таблица 12

Влияние времени повторного обжига на извлечение Ni

№№ опыта.	Время повторного обжига.	Извлеклось никеля при			Всего извлеклось.
		1 обраб.	2 обраб.	3 обраб.	
1.	5 мин.	1,12	0,13	0,05	1,30

1	2	3	4	5	6
2.	10 мин.	0,95	0,19	0,03	1,17
3.	20 мин.	1,05	0,13	0,07	1,25
4.	1 час.	1,08	0,13	0,04	1,25

Из таблицы № 12 можно видеть, что пять минут вполне достаточно для проведения вторичного обжига. Повышение времени обжига не увеличивает извлечение сульфидного никеля. Возможно даже, что одно вторичное восстановление без обжига дало бы такие же результаты, но так как фильтр так или иначе необходимо сжигать, то этот вопрос нами не уточнялся.

7. Уточнение необходимого количества обработок пробы.

Для выявления необходимого количества обработок пробы руд и хвостов, пробы многократно обжигались, восстанавливались и извлекались иодом до извлечения иодом следов никеля. Затем никель определялся в остатке после обработки последнего царской водкой. Результаты представлены в таблице № 13.

Таблица № 13

Извлечение сульфидного никеля многократной обработкой

№№ пп	Наименование пробы.	Перешло в раствор никеля при 1 обр.	2 обр.	3 обр.	4об.	всего	В остатке.
1.	Слив БОФ № 697	0,086	0,063	Следы		0,149	0,086

1	2	3	4	5	6	7	8
2.	Отв.хвосты № 696 ..	0,025	0,007	Следы	-	0,032	0,083
3.	Руда БОФ № 3612 ...	0,132	0,081	Следы	-	0,163	0,080
4.	Отв.хвосты № 3615..	0,025	0,010	Следы	-	0,035	0,074
5.	Рудник "Угольн.руч" кварц.габбро-диабаз.	0,074	0,047	0,016	Следы	0,137	0,054
6.	Р-к "Медвежий ручей" пикрит.габбро-диабаз	0	0	-	-	0	0,096

Из рассмотрения таблицы № 15 видно, что для извлечения сульфидного никеля из руд и хвостов вполне достаточно двух-трех обработок. Можно видеть также, что остаток действительно представляет собой силикатный никель, т.к. содержание его в "сливе" /руде/ и хвостах флотации одинаково, тогда как содержание сульфидного никеля в руде в пять раз больше чем в хвостах.

Можно видеть также что некоторые пробы руд Норильского месторождения содержать 0,1% никеля и совсем не содержат сульфидного /извлекаемого/ никеля.

Большое количество анализов руд и продуктов обогащения, произведенных различными методами, и сопоставление этих анализов с результатами флотации приведено во второй части настоящего отчета.

ВЫВОДЫ

1. Разработан метод определения кислородных, сульфидных и силикатных соединений никеля в рудах и продуктах их обогащения.

2. Установлено, что Норильские руды содержат значительное количество силикатного никеля, что очевидно и является причиной плохого извлечения никеля из руд.

ЛИТЕРАТУРА

1. Исследовательский сектор ЦЛК Норильского комбината. Определение содержания различных форм никеля в рудах и уточнение метода рационального анализа. Отчет по теме 214/1948 г. стр.9-11

2. См.сноску 1 стр.18-23

3. См.сноску 1 стр.27-28

4. См.сноску 1 стр.13

5. Богацкий. Ж.прикл.хим.XX 1-2 86 /1947/

6. Богацкий. Металлург.5.58/1937/

7. Исследовательский сектор ЦЛК Норильского комбината. Определение содержания различных форм никеля в рудах и продуктах обогащения. Отчет по теме 214/1949 г. стр.15

8. Синтез углеводородов из Норильских каменных углей /Итоги работ лаборатории искусственного жидкого топлива за 1941-1947 гг/ 126-127

9. С.З. Роз Ж.Ф.Х. XУ 6.708/1941/

10. Д.М. Чижиков. Металлургия тяжелых цветных металлов Москва 1948 г. 898

11. Г.А. Шахов и М.М. Воскресенская. Зав.лаб.XШ 2/1947/

31marta.ru

МЕТОДИКА

ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ФОРМ НИКЕЛЯ В РУДАХ И ПРОДУКТАХ ОБОГАЩЕНИЯ.

Сущность методики

Методика предусматривает определение закисной, сульфидной, силикатной форм никеля, а так же сульфатного никеля в рудах и продуктах обогащения. Сульфатный никель определяется выщелачиванием пробы в воде. Закись никеля восстанавливается водородом до активного металлического никеля, который растворяется в растворе иода. Сульфидный никель сначала окисляется до закиси, затем восстанавливается и так же извлекается иодом. Остаток растворяется в царской водке и представляет собой силикатный никель.

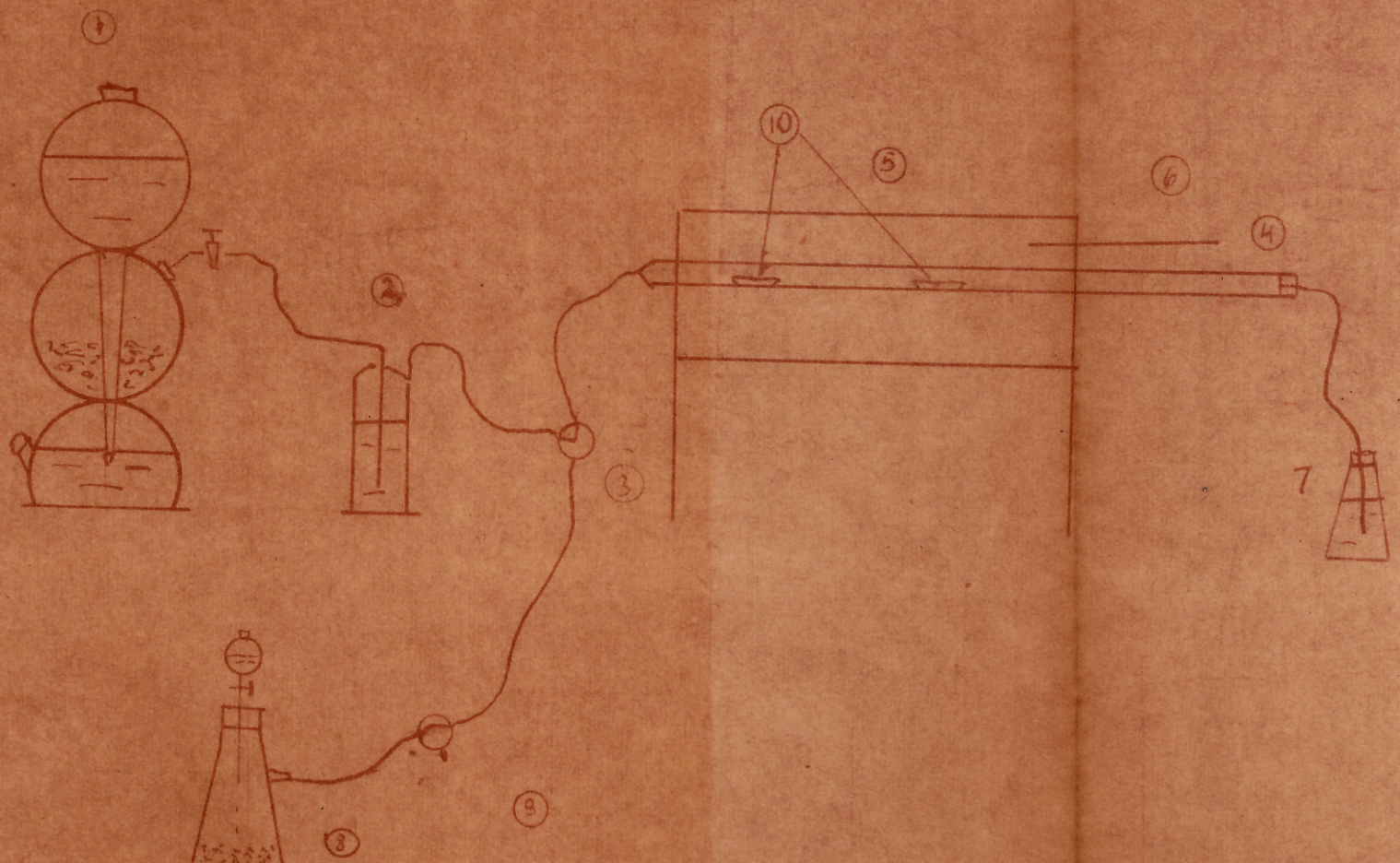
Необходимые реактивы

1. Децинормальный раствор иода.
2. Аммиак конц.
3. Соляная кислота конц.
4. Азотная кислота конц.
5. Цинк гранулированный
6. Соляная кислота 1:1
7. Сода кристаллическая
8. Медный купорос в растворе
9. Щелочной раствор перманганата
10. 0,5% раствор диметилглиоксима.

31marta.ru

24-1

Схема установки



31mara.ru

Описание установки

Водород для восстановления получается в аппарате Киппа /1/ действием соляной кислоты /1:1/ на гранулированный цинк. Он промывается в промывалке /2/ , заполненной щелочным раствором перманганата и поступает через трехходовой кран /3/ в тугоплавкую стеклянную трубку/4/, помещенную в печь Марса/5/ В ней происходит восстановление пробы. Трубка со стороны входа водорода сужена,с другой стороны - закрыта водным затвором /7/, который не позволяет воздуху проникать в трубку, но свободно пропускает водород, промывая его в растворе медного купороса от сероводорода.

Печь Марса соединяется с реостатом для поддержания температуры в печи около 500^{0}С. Замер температуры производится или термометром на 500^{0}С/6/, или платиновой термопарой. Трубка не вся находится в печи, часть ее /а/ выступает из печи для охлаждения пробы. Проба помещается в фарфоровую лодочку, которая имеет длину 7 см/10/. Для получения углекислого газа служит аппарат /8/, который состоит из конической колбы и капельницы. Углекислый газ получается при действии соляной кислоты /1:1/, на кристаллическую соду. Газ через шланг соединяется с трехходовым краном /9/, который позволяет удалить лишний газ в атмосферу.

1. Определение сульфата никеля.

Навеску руды в 0,5 гр помещают в колбочку и кипятят с водой в течение 20 мин. В фильтрате определяют никель. Для

этого весь фильтрат переводят в мерную колбу на 250 мл, туда же добавляют 60 мл аммиака, 2 мл. децинормального раствора иода и 20 мл. диметилглиоксима, доводят водой до метки, тщательно перемешивают и колориметрируют.

П. Определение закиси никеля

Пробу в количестве 0,5 гр помещают в фарфоровую лодочку. Печь Гарса нагревается с тугоплавкой трубкой до 250°С. По достижении этой температуры через трубку пропускают углекислый газ в течение одной минуты. После чего в трубку вставляют лодочку и при температуре = 250°С дают сильный ток водорода, который пропускают 5 минут. Затем, конец трубки со стороны водного затвора открывают и лодочку железным крючком выдвигают для охлаждения /ток водорода не прекращают!/ Трубку снова закрывают и охлаждают пробу в той части трубки, которая находится вне печи. Печь во время этой операции не выключают. После того, как трубка охладится, пробку снова открывают. При помощи груши с пипеткой на конце, заполненной децинормальным раствором иода, в лодочку вливают раствор иода так, чтобы он полностью закрыл поверхность пробы. После этого лодочку вынимают и тогда только отключают ток водорода. Содержимое лодочки смывают иодом из промывалки в колбочку, в которую предварительно было налито 50 мл. децинормального раствора иода. Проба с раствором взбалтывается несколько раз и фильтруется через обыкновенный фильтр в мерную колбу. Осадок три раза промывают холодной водой и помещают в тигель. В дальнейшем его

31marta.ru

используют для определения сульфидного и силикатного никеля. В фильтрате же определяют никель закисной формы. Для этого в мерную колбу дают 60 мл аммиака. Раствор доводят до метки и тщательно перемешивают. При этом выпадает черный осадок иодистого азота. Раствор фильтруют в колбу. Колба ополаскивается два раза фильтратом, после чего туда собирают отфильтрованный раствор. 50 мл фильтрата помещают в мерную колбу на 100 мл, добавляют 20 мг диметилглиоксима, доводят водой до метки, взбалтывают и колориметрируют. Осадок иодистого азота, который остался на фильтре, нужно поместить в крепкую соляную кислоту для разрушения. Это необходимо сделать потому, что иодистый азот очень неустойчив и в сухом виде взрывает уже от малейшего прикосновения.

Ш. Определение сульфидного никеля

Остаток в тигле высушивают в сушильном шкафу и ставят в муфель. Муфель медленно нагревают от комнатной температуры до 800^{0}С в течение трех часов. Медленное нагревание необходимо для предотвращения спекания сульфидов. После этого пробу вынимают из муфеля и охлаждают. Затем пробу в тигле измельчают фарфоровым пестиком и переносят в лодочку, где распределяют ровным слоем. Комки можно легко уничтожить тонкой проволокой. С проволоки оставшуюся пыльцу стряхивают кисточкой в лодочку. После этого лодочку ставят в трубку при температуре = 450^{0}С, предварительно заполненную углекислым газом. Затем пробу восстанавливают, извлекают иодом и филь-

трут также, как при определении закисного никеля. Осадок на фильтре промывают и помещают в тот же тигелек. Тигель с осадком высушивают и озоляют в течение 5 минут при $t = 800^0C$ в муфеле. Снова осадок переводят в лодочку и восстанавливают, как указывалось выше. Только в качестве раствора иода используют фильтрат от первого извлечения. Фильтрат далее помещают в мерную колбу на 250 мл, добавляют 60 мл аммиака, доводят до метки водой, взбалтывают и фильтруют. Осадок иодистого азота помещают в стакан с концентрированной соляной кислотой а в фильтрате определяют никель колориметрическим путем. Для колориметрирования берут 25 мл фильтрата для руд и 50 мл для хвостов на 100 мл. Извлечение никеля таким путем повторяют до тех пор, пока в раствор будет переходить никеля не более 0,01% /от навески/. Как правило для руд нужно 3 обработки, для хвостов 2. Поэтому при анализе хвостов второе извлечение производят слегким раствором иода для определения полноты извлечения.

1У. Определение силикатного никеля

Остаток после извлечения сульфидного никеля помещают в тигель, высушивают в сушильном шкафу, озоляют в муфеле и переносят в колбочку. Туда добавляют 15 мл конц. HCl и 5 мл. HNO_3 конц. Колбочку ставят на плиту и разлагают в течение 15 минут. Затем охлаждают, переносят в мерную колбу на 250 мл, добавляют 60 мл конц. аммиака. Раствор в колбе доводят до метки, пробалтывают несколько раз и фильтруют. Для колориметри-

31marta.ru

рования берут аликвотную часть фильтрата, которую помещают в мерную колбу на 100 мл. Аликвотную часть для руд и хвостов берут в количестве 50 мл. В мерную колбу добавляют 2 мл. децинормального раствора иода и 20 мл диметилглиоксима, доводят до метки водой и колориметрируют.

У. Общий никель.

Для проверки правильности анализа определяют общий никель. Для этого 0,5 гр руды и 1 гр хвостов растворяют в 40 мл. царской водки в течение 20 минут при нагревании. После этого содержимое колбочки переносят в мерную колбу на 250 мл, добавляют 60 мл конц.аммиака, доводят до метки и взбалтывают. Для колориметрирования фильтруют и берут 25 мл. для руды и 50 мл для хвостов в мерную колбу на 100 мл. Туда добавляют 2 мл. децинормального раствора иода и 20 мл диметилглиоксима, доводят водой до метки и колориметрируют.

УI. Построение кривой для никеля

В мерные колбы на 10 мл помещают 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1; 0,15; 0,20; 0,30; мгр. никеля, добавляют 25 мл конц. аммиака, 2 мл децинормального раствора иода и 20 мл диметилглиоксима и колориметрируют на фотоколориметре Москип в кювете № 5. Результаты наносятся в виде кривой в координатах экстинкции количество мгр. никеля в 100 мл. раствора.

31marta.ru